

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-131400

(43)Date of publication of application : 15.05.2001

(51)Int.Cl.

C08L 69/00

C08J 5/18

C08K 3/34

C08K 9/12

G02B 5/30

(21)Application number : 11-315253

(71)Applicant : KANEGAFUCHI CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 05.11.1999

(72)Inventor : AWAJI HIROSHI
NAGAMATSU YOSHITAKA

(54) RESIN COMPOSITION AND OPTICAL FILM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To solve a problem that the monoaxially oriented film of a polycarbonate (PC) resin consisting mainly of bisphenol A has a high photoelastic coefficient, generates phase difference irregularity caused by photoelastic birefringence and causes the deterioration in the color balance and contrast of a displayed image, while the monoaxially oriented film of the polycarbonate (PC) resin is practically used as a material for a phase difference film laminated between a liquid crystal cell and a polarizing plate in a liquid display device in order to improve the visibility of the image.

SOLUTION: This resin composition and the optical film which can solve the problem, has a small photoelastic coefficient, and hardly causes the display irregularity due to stress can be provided by mixing 100 pts. wt. of the PC resin with 0.1 to 10 pts.wt. (as the content of inorganic ash) of an interlayer compound comprising a laminar silicate as a host and an organic onium salt as a guest and then forming the film from the mixture by a casting method.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-131400

(P2001-131400A)

(43) 公開日 平成13年5月15日 (2001.5.15)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーム [*] (参考)
C 0 8 L 69/00		C 0 8 L 69/00	2 H 0 4 9
C 0 8 J 5/18	C F D	C 0 8 J 5/18	C F D 4 F 0 7 1
C 0 8 K 3/34		C 0 8 K 3/34	4 J 0 0 2
9/12		9/12	
G 0 2 B 5/30		G 0 2 B 5/30	
審査請求 未請求 請求項の数16 O L (全 9 頁)			

(21) 出願番号 特願平11-315253

(22) 出願日 平成11年11月5日 (1999.11.5)

(71) 出願人 000000941

鐘淵化学工業株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

(72) 発明者 淡路 弘

兵庫県神戸市兵庫区吉田町1-2-80鐘淵
化学工業 (株)

(72) 発明者 永松 美貴

兵庫県神戸市兵庫区吉田町1-2-80鐘淵
化学工業 (株)

Fターム (参考) 2H049 BA06 BB42 BC03 BC22

4F071 AA50 AA86 AB26 AF29 AF37

BB02 BB07 BC01

4J002 CG001 DJ006 EN136 EV296

EW176 FB086

(54) 【発明の名称】 樹脂組成物および光学フィルム

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 液晶表示装置において、画像の視認性を向上させるために液晶セルと偏光板との間に位相差フィルムが積層されている。その材質は主としてビスフェノール A からなるポリカーボネート (P C) 樹脂の一軸延伸フィルムが用いられ実用化されているが光弾性係数が高いために、光弾性複屈折に起因する位相差ムラが発生し、表示像のカラーバランスやコントラストの低減を引き起こしやすいという問題を抱えている。

【解決手段】 P C 樹脂 1 0 0 重量部に対し、層状珪酸塩をホストとし、有機オニウム塩をゲストとする層状化合物を無機灰分量として 0. 1 ~ 1 0 重量部を、適当な溶媒中で混合させた後、キャスト法でフィルムとすることにより、かかる問題を解決し、光弾性係数が小さく応力による表示ムラが生じにくい樹脂組成物および光学フィルムを提供できる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 層状珪酸塩をホストとし、有機オニウム塩をゲストとする層間化合物とポリカーボネート樹脂からなる樹脂組成物であって、層間化合物を有機溶媒に分散させ、これにポリカーボネート樹脂を溶解させたのち、溶媒を除去することを特徴とする樹脂組成物。

【請求項2】 ポリカーボネート樹脂100重量部に対し、層状珪酸塩をホストとし、有機オニウム塩をゲストとする層間化合物を無機灰分量として0.1～10重量部含むことを特徴とする請求項1記載の樹脂組成物。

【請求項3】 ポリカーボネート樹脂がビスフェノールAからなるポリカーボネート樹脂であることを特徴とする請求項1、2記載の樹脂組成物。

【請求項4】 層間化合物が芳香族環を有する有機オニウムイオンをゲストとすることを特徴とする請求項1～3記載の樹脂組成物。

【請求項5】 層状珪酸塩が、スメクタイト系であることを特徴とする請求項1～4記載の樹脂組成物。

【請求項6】 層状珪酸塩をホストとし、有機オニウム塩をゲストとする層間化合物とポリカーボネート樹脂からなる樹脂組成物であって、層間化合物を有機溶媒に分散させ、これにポリカーボネート樹脂を溶解させたのち、溶媒を除去することを特徴とする樹脂組成物からなる光学フィルム。

【請求項7】 ポリカーボネート樹脂100重量部に対し、層状珪酸塩をホストとし、有機オニウム塩をゲストとする層間化合物を無機灰分量として0.1～10重量部含むことを特徴とする樹脂組成物からなる請求項6記載の光学フィルム。

【請求項8】 ポリカーボネート樹脂がビスフェノールAからなるポリカーボネート樹脂であることを特徴とする請求項6、7記載の光学フィルム。

【請求項9】 層間化合物が芳香族環を有する有機オニウムイオンをゲストとすることを特徴とする請求項6～8記載の請求項4記載の光学フィルム。

【請求項10】 層状珪酸塩が、スメクタイト系であることを特徴とする請求項6～9記載の光学フィルム。

【請求項11】 光弾性係数が $70 \times 10^{-13} \text{ dyne/cm}^2$ 以下であり、ガラス転移温度が $100 \sim 160^\circ\text{C}$ である請求項6～10記載の光学フィルム。

【請求項12】 位相差が 20 nm 以下であることを特徴とする請求項6～11記載の光学フィルム。

【請求項13】 請求項6～11記載の光学フィルムを延伸して得られることを特徴とする位相差フィルム。

【請求項14】 請求項6～11記載の光学フィルムの少なくとも一方の表面に透明電極層を設けたことを特徴とする透明導電フィルム。

【請求項15】 請求項14記載の透明導電フィルムを電極基板として用いた液晶表示装置。

【請求項16】 請求項14記載の透明導電フィルムを

電極基板として用いたタッチパネル。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、透明性、低光弾性、加工性にすぐれた光学用樹脂組成物、これからなる光学フィルム、液晶表示装置に有用な位相差フィルムおよび液晶表示装置用基板に関する。さらに詳しくは、本発明は、ポリカーボネート樹脂100重量部に対し、層状珪酸塩をホストとし、有機オニウム塩をゲストとする層間化合物を無機灰分量として0.1～10重量部を、適当な溶媒中で混合させた後、溶媒を除去して得られる組成物、および前記組成物の溶液をキャスト製膜して得られる透明性、低複屈折性、耐熱性、耐湿性、製膜性にすぐれた光学フィルム、位相差フィルムおよび液晶表示装置用基板に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 ポリカーボネートなどの非晶質熱可塑性樹脂はその透明性から光学フィルムなどの光学部品として利用されている。たとえば、液晶表示装置において、画像の視認性を向上させるために液晶セルと偏光板との間に位相差フィルムが積層されている。この位相差フィルムは液晶層を透過した楕円偏光を直線偏光に変換する役目をしている。その材質は主としてビスフェノールAからなるポリカーボネート樹脂の一軸延伸フィルムが用いられ実用化されている。その理由は（1）透明性が高い、（2）高い屈折率異方性を示す、（3）耐熱性が比較的高い、など位相差フィルムに要求される性質が優れているからである。しかし、該フィルムを液晶セルに偏光板とともに貼り合わせた時の貼りムラ、バックライトや外部環境からの熱を受けることによる構成材料間の熱膨張差、偏光フィルムの収縮、等により応力が発生する。その結果、ビスフェノールAからなるポリカーボネートフィルムは、光弾性係数が大きいために、光弾性複屈折に起因する位相差ムラが発生し、表示像のカラーバランスやコントラストの低減を引き起こしやすいという問題を抱えている。

【0003】 一方、ポリカーボネート樹脂と層間化合物からなる組成物としては、特開平7-228762に開示されているように、熔融状態のポリカーボネート樹脂に、機械的せん断下で混合（熔融混練）されることを特徴とする物がある。この方法では、層間化合物の分散が容易ではないこと、高温下での混合による組成物の着色、樹脂の分子量低下などの畏れがあり、光学フィルム用としては問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 前記光弾性複屈折に起因する位相差ムラを克服するためには、応力により位相差の変化しにくい、すなわち、光弾性係数の小さなフィルム材料を使用することが考えられる。光弾性係数の小さな材料として、特開平07-287122号等mira

れるオレフィン系の材料や、国際公開WO95/233353にみられるような特殊ポリカーボネート樹脂が知られている。しかし、オレフィン系の材料を用いた場合、フィルムを配向させても複屈折が発現しにくく、延伸して位相差フィルムとする場合、任意の位相差値を得ることが困難であり、また、極端に大きな延伸倍率を必要とし、均一な位相差値を有するフィルムを工業的に得ることが難しいという問題を抱えている。

【0005】また、特殊ポリカーボネート樹脂の場合、光弾性係数も適度に小さく、また、配向による位相差の付与も工業的实施上、特に問題とはならないが、一般には、フィルムの耐熱性が高くなり、従来用いられていた延伸装置をそのまま用いることが出来ず、耐熱性の高い特殊な延伸装置を必要とする他、延伸加工温度が高く均一な延伸が困難となり、幅広い範囲での位相差バラツキが大きくなるという欠点を有する。この耐熱性を下げるためには、可塑剤が使用される。モノマーの可塑剤の場合、使用量が増えるとフィルムからしみ出るといった問題があるし、高分子量ポリマー系可塑剤の場合、非相溶化によるヘイズの増加、透過率の低下、すなわち透明性の低下という問題がある。

【0006】また特開平7-228762に開示されているように、熔融状態のポリカーボネート樹脂に、機械的せん断下で混合（熔融混練）する方法では、層間化合物の分散が容易ではないこと、高温下での混合による組成物の着色、樹脂の分子量低下などの畏れがあり、光学フィルム用としては品質上問題である。

【0007】本発明は、透明性、加工特性に優れ、かつ光弾性係数が小さく応力による表示ムラが生じにくいことに加え、簡便な方法で安価な光学用樹脂組成物および光学フィルムを提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、かかる課題を解決すべく鋭意検討した結果、ポリカーボネート樹脂に対し、層状珪酸塩をホストとし、有機オニウム塩をゲストとする層状化合物を、適当な溶媒中で混合させた後、キャスト製膜してフィルムとすることにより、かかる課題を解決することを見いだし本発明の完成に至った。

【0009】すなわち本発明の第1は、ポリカーボネート樹脂に対し、層状珪酸塩をホストとし、有機オニウム塩をゲストとする層状化合物を含む樹脂組成物を内容とする（請求項1）。

【0010】本発明の第2は、ポリカーボネート樹脂に対し、層状珪酸塩をホストとし、有機オニウム塩をゲストとする層状化合物を含む樹脂組成物から構成される光学フィルムを内容とする（請求項6）。

【0011】本発明の第3は、該光学フィルムを延伸して得られることを特徴とする位相差フィルムを内容とする（請求項13）。

【0012】本発明の第4は、該光学フィルムの少なくとも一方の表面に透明電極層を設けたことを特徴とする透明導電フィルムを内容とする（請求項14）。

【0013】本発明の第5は、該透明導電フィルムを電極基板として用いた液晶表示装置を内容とする（請求項15）。

【0014】本発明の第6は、該透明導電フィルムを電極基板として用いたタッチパネルを内容とする（請求項16）。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明における第1の樹脂組成物は、ポリカーボネート樹脂100重量部に対し、層状珪酸塩をホストとし、有機オニウム塩をゲストとする層状化合物を無機灰分量として0.1～10重量部を含む。

【0016】ポリカーボネートの数平均分子量は、好ましくは、10000～110000であり、より好ましくは、15000～80000である。

【0017】本発明で用いられる芳香族ポリカーボネート樹脂は、多価フェノール類を共重合成分として含有しても良い、1種以上のビスフェノール類と、ビスアルキルカーボネート、ビスアリールカーボネート、ホスゲン等の炭酸エステル類との反応により製造される。

【0018】ビスフェノール類としては、具体的にはビス（4-ヒドロキシフェニル）メタン、1,1-ビス（4-ヒドロキシフェニル）エタン、1,1-ビス（4-ヒドロキシフェニル）プロパン、2,2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）プロパンすなわちビスフェノールA、2,2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）ブタン、2,2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）ペンタン、2,2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）-3-メチルブタン、2,2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）ヘキサン、2,2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）-4-メチルペンタン、1,1-ビス（4-ヒドロキシフェニル）シクロペンタン、1,1-ビス（4-ヒドロキシフェニル）シクロヘキサン、ビス（4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル）メタン、ビス（4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル）フェニルメタン、1,1-ビス（4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル）エタン、2,2-ビス（4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル）プロパン、2,2-ビス（4-ヒドロキシ-3-エチルフェニル）プロパン、2,2-ビス（4-ヒドロキシ-3-イソプロピルフェニル）プロパン、2,2-ビス（4-ヒドロキシ-3-sec-ブチルフェニル）プロパン、2,2-ビス（4-ヒドロキシ-3-sec-ブチルフェニル）プロパン、ビス（4-ヒドロキシフェニル）フェニルメタン、1,1-ビス（4-ヒドロキシフェニル）-1-フェニルエタン、1,1-ビス（4-ヒドロキシフェニル）-1-フェニルプロパン、ビス（4-ヒドロキシフェニル）ジフェニルメタン、ビス（4-ヒドロキシフェニル）ジベンジルメタン、4,4'-ジヒドロキシ

ジフェニルエーテル、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルフィド、4, 4'-ジヒドロキシベンゾフェノン、フェノールフタレイン等が挙げられる。この中で代表的なものは、ビスフェノールA、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1-フェニルエタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)プロパン等であり、最も一般的にはビスフェノールAが用いられる。

【0019】多価フェノール類は、芳香族ポリカーボネート樹脂のレオロジー的性質を変化させたり表面摩擦特性を改良する目的で共重成分として用いられ、例えば1, 1, 1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン等のトリスフェノール類等が挙げられる。

【0020】本発明に使用される芳香族ポリカーボネート樹脂の製造方法に制限はないが、ビスフェノール類のアルカリ金属塩と炭酸エステル誘導体とを原料とし生成ポリマーを溶解する有機溶剤とアルカリ水との界面にて重縮合反応させる界面重合法、ビスフェノール類と炭酸エステル誘導体とを原料とし、ピリジン等の有機塩基中で重縮合反応させるピリジン法、ビスフェノール類とビスアルキルカーボネートやビスアリールカーボネート等の炭酸エステルを原料とし、熔融状態で重縮合させる熔融重合法が一般に知られている。ここで界面重合法とピリジン法で用いられる炭酸エステル誘導体としては、ホスゲン、カルボジイミダゾール等が挙げられ、中でもホスゲンが入手容易性から最も一般的である。熔融重合法に用いられる炭酸エステルの具体例については、(a)ビスアルキルカーボネートとしてジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、ジ-n-プロピルカーボネート、ジイソプロピルカーボネート、ジ-n-ブチルカーボネート等が、(b)ビスアリールカーボネートとしてはジフェニルカーボネート、ビス(2, 4-ジクロロフェニル)カーボネート、ビス(2, 4, 6-トリクロロフェニル)カーボネート、ビス(2-ニトロフェニル)カーボネート、ビス(2-シアノフェニル)カーボネート、ビス(4-メチルフェニル)カーボネート、ビス(3-メチルフェニル)カーボネート、ジナフチルカーボネート、等が挙げられる。この中では、入手容易性の点からジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート等のビスアルキルカーボネート、ジフェニルカーボネート、ビス(3-メチルフェニル)カーボネート、ビス(4-メチルフェニル)カーボネート等のビスアリールカーボネートが好ましく用いられ、中でも反応容易性からジフェニルカーボネートが最適である。

【0021】本発明で用いられる芳香族ポリカーボネート樹脂の分子量には特に制限はないが、通常は40℃のテトラヒドロフラン(THF)溶媒によるゲルパーミエーションクロマトグラフィ(GPC)において、単分子量分散ポリスチレンを対照としての重量平均分子量Mw

が15,000以上、靱性や成形容易性から好ましくは20,000~80,000程度、最も好ましくは35,000~65,000程度が適当である。

【0022】本発明に用いられる層状珪酸塩としては、Al、Mg、Li等を含む八面体シート構造を2枚のSiO₄四面体シート構造がはさんだ形の2:1型が好適であり、その単位構造である1層の厚みは通常9.5Å程度である。具体的には、モンモリロナイト、ヘクトライト、フッ素ヘクトライト、サボナイト、バイデライト、スチブンサイト等のスメクタイト系粘土鉱物、Li型フッ素テニオライト、Na型フッ素テニオライト、Na型四珪素フッ素雲母、Li型四珪素フッ素雲母等の膨潤性合成雲母、バーミキュライト、フッ素バーミキュライト、ハロイサイト等が挙げられ、天然のものでも合成されたものでも良い。

【0023】本発明においては、これらの層状珪酸塩の陽イオン交換容量(CEC)は30ミリ当量/100g以上である必要があるが、好適には50ミリ当量/100g以上、さらに好適には70ミリ当量/100g以上であるのが望ましい。陽イオン交換容量は、メチレンブルーの吸着量測定により求めることで測定される。陽イオン交換容量が30ミリ当量/100g未満では、層間への有機オニウムイオンの挿入(インターカレーション)量が不十分となりポリカーボネート樹脂への分散性が悪くなるため、組成物の強度や剛性の上昇が十分でなく成形表面外観も悪くなる。陽イオン交換容量や入手容易性からこれらの層状珪酸塩の中でも、モンモリロナイト、ヘクトライト等のスメクタイト系粘土鉱物、Li型フッ素テニオライト、Na型フッ素テニオライト、Na型四珪素フッ素雲母等の膨潤性合成雲母が好適に用いられ、特に入手容易性からはベントナイトを精製して得られるモンモリロナイトが、純度の点ではLi型フッ素テニオライト、Na型フッ素テニオライト、Na型四珪素フッ素雲母等の膨潤性フッ素雲母が本発明には最適である。

【0024】本発明に用いられる層間化合物のゲストとしてはポリエチレングリコール鎖を有する有機オニウムイオンがあげられる。ここで有機オニウムイオンとは、アンモニウムイオン、ホスホニウムイオン、スルホニウムイオン、複素芳香環由来のオニウムイオン等に代表される構造を持つものである。本発明における該オニウムイオンを存在させることにより、負に帯電した珪酸塩層の層間に分子間力の小さい有機構造を導入することができ、ポリカーボネートとの親和性を示すことにある。本質的にそのオニウムイオン種に制限はないが、該イオンがポリカーボネート親和性の構造である芳香環を有することが、組成物から得られるフィルムの透明性向上の点で重要である。オニウムイオン種としては入手容易性と安定性の観点から、アンモニウムイオン、ホスホニウムイオンの構造が好適である。

【0025】本発明の樹脂組成物の原料として好適に用いられる、陽イオン交換容量が30ミリ当量/100g以上の層状珪酸塩をホストとし有機オニウムイオンをゲストとする層間化合物とは、有機オニウムイオンを、負の層格子および交換可能なカチオンを含有する粘土と反応させる公知の技術（例えば特公昭61-5492号公報、特開昭60-42451号公報等に記載）により製造される、層間に該オニウムイオンが挿入（インターカレーション）された化合物を意味する。該層間化合物の調製は、例えば特願平5-245199号、特願平5-245200号等に記載された4級アンモニウムイオン挿入反応及び精製方法等により行われる。

【0026】層間化合物中の有機オニウムイオンの量は、原料の層状珪酸塩の陽イオン交換容量に対し0.8～2.0当量の範囲であれば特に制限はないが、通常の反応条件では1.0～1.3当量程度のものとなる。この量が0.8当量よりも少ないと、芳香族ポリカーボネート樹脂への分散性が低下し、2.0当量より多いと該オニウムイオン由来の遊離化合物が顕著となり、成形時の熱安定性低下、発煙、金型汚染、臭気等の原因となる場合がある。

【0027】層間化合物の水分量は、ポリカーボネート樹脂組成物からなるフィルム製造時の望ましくない濁りや発泡を抑制するために、5wt%以下、好ましくは3wt%以下、最も好ましくは1wt%以下に制御することが望ましい。該水分量が5wt%を超えると得られたフィルムに濁りや発泡の発生が顕著となり、光学フィルムとしての性能・品質が大きく低下する。

【0028】本発明のポリカーボネート樹脂組成物においては、透明性保持、弾性率向上および光弾性低下効果発現の観点から層状珪酸塩を無機灰分量として0.1～10重量%、好適には0.3～8重量%、さらに好適には0.3～5重量%含むのが望ましい。ここで無機灰分量とは、ポリカーボネート組成物の有機成分を650℃の電気炉内で完全に焼失せしめた残渣の重量分率のことである。該無機灰分量が0.1重量%未満の場合は弾性率の向上が顕著でなく、一方10重量%を超えると、靱性と透明性の低下が大きく、いずれの場合も好ましくない。なお、層間化合物を添加する場合は各々単独で用いてもよく併用してもよい。

【0029】本発明の組成物の製造方法としては、まず、適当な溶媒に層状珪酸塩を加え、攪拌、超音波処理などにより十分分散させる。陽イオン交換能を持つ層状珪酸塩の層間陽イオンの有機オニウムイオンによる交換現象において、有機オニウムイオンの構造制御により層間の疎水性を変化させ、構造が制御された有機オニウムイオンのインターカレーションによる層間引力の低減と層間距離の増大の相乗効果により、溶媒中での攪拌のような簡便な手段でも劈開分散が容易に達成される。次いで、この分散液にポリカーボネート樹脂を均一に溶解さ

せてドープ液を調製し、溶媒を蒸発除去することで組成物が得られる。

【0030】本発明の組成物は、一般に溶液からのキャスト法や溶融押し出し法によりフィルムに加工される。しかし、光学フィルムは高度な厚み精度や光学等方性などの均一性を要求されるため溶液からのキャスト法が好ましく用いられる。溶剤としては、ジクロロメタン、クロロホルム、1,2-ジクロロエタンなどのハロアルカン類、テトラヒドロフラン、1,3-ジオキサラン、1,4-ジオキサンなどの環状エーテル類、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノンなどのケトン類、クロロベンゼンなどの芳香族溶剤が用いられる。このうち、ジクロロメタン、1,2-ジクロロエタン、1,3-ジオキサラン、1,4-ジオキサン、シクロヘキサノン、クロロベンゼンなどが溶解性とドープ安定性の面から特に好ましい。これらは、単独溶剤でもよいし、二種以上の混合溶剤でもよい。樹脂の濃度としては、本発明の光学フィルムのために15重量%から35重量%が用いられる。

【0031】本発明における、特定の陽イオン交換容量の層状珪酸塩に有機オニウムイオンをインターカレーションした層間化合物は、ポリカーボネート樹脂マトリックスに対し極めて優れた劈開分散性を有し、樹脂マトリックス中に微分散され、ポリカーボネート樹脂の透明性を維持しながら、極めて効率的に強度や剛性を向上させ、フィルムにおいて応力に対して複屈折が発生しにくいという性質（低光弾性）を発現させる。

【0032】その、光弾性係数が小さいため応力により位相差が発生しにくく、生産性良く高品位のフィルムを製造することが可能となる。

【0033】本発明のフィルムの膜厚は用途に応じて選択すればよいが、一般的には、10～500μm、好ましくは、30～300μm、より好ましくは50～100μmの範囲が用いられる。

【0034】本発明フィルムの分子を配向させ位相差フィルムとする事が出来る。一般的には、一軸あるいは二軸に加熱延伸することにより分子を配向する事が出来る。一軸延伸法としては、テンター法による横一軸延伸、ロール間による縦一軸延伸、ロール間圧延法などの任意の方法が用いられる。その他、必要により湿式延伸法を採用することもできる。また、フィルムの三次元屈折率を制御するために、特開平2-160204号、特開平4-230704号、特開平5-157911号などにみられるような、特殊な延伸方法も好適に用いることが出来る。延伸温度は、使用する樹脂のガラス転移温度（T_g）に依存し、（T_g-30）℃～（T_g+30）℃、好ましくは、（T_g-20）℃～（T_g+20）℃の範囲が用いられる。温度がこの範囲より低いと均一配向が困難になり、この範囲より高いと配向の緩和が起こり期待された配向度が得られないうえに配向制御

が困難になるため好ましくない。好ましい位相差の範囲は、用途により適宜選択することが出来る。一般には、 $\lambda/4$ 位相差フィルムとして用いる場合は100nmから200nmの範囲が選択され、 $\lambda/2$ 位相差フィルムとして用いる場合は、200nmから350nmの範囲が選択される。また、STN型液晶表示装置の色補償用として用いる場合は、液晶表示装置の方式により、400nmから2000nmの範囲で選択される。必要とされる位相差は、延伸温度や延伸倍率を調節する事により得ることが出来る。

【0035】また、本発明フィルムは液晶表示装置用基板としても好適に用いることが出来る。本発明フィルムを用いた液晶表示装置は、使用環境下での偏光板の収縮により該基板に応力がかかっても、位相差を生じることがないため、表示品位を損なうことが無いという特徴を有する。該基板として用いる場合、フィルムの位相差は、20nm以下、より好ましくは10nm以下であり、その位相差バラツキは10%以下が好ましく、また、その吸収軸の方向バラツキは $\pm 5^\circ$ の範囲にあることが望ましい。また、表示像が視野角度により変化することを防ぐため、フィルムの二軸性は小さく保つ方が好ましい。フィルムの面方向から測定した位相差 $R(0)$ と、光軸に対して直交方向へ 45° 傾けて測定した位相差 $R(45)$ の比 $(R(45)/R(0))$ で、フィルムの二軸性を表すことが出来る。 $R(45)/R(0)$ は、好ましくは、5以下、より好ましくは3以下、更に好ましくは1.5以下である。また、液晶表示装置がSTN型の液晶表示装置の場合、前記位相差フィルムを該液晶表示装置用基板として用いることも可能である。

【0036】液晶表示装置用基板として用いる場合、一般には、該フィルムの少なくとも一方の表面に酸素や水蒸気に対するバリアー性を付与するため単層または複数層からなるガスバリアー層や、透明電極層が形成される。

【0037】ガスバリアー層としては、各種ガスバリアー層を用いることができる。ガスバリアー層を形成する前に、フィルムとの密着性を上げるため、アンカーコーティングを施す場合もある。有機材料系のガスバリアー層としては、ポリビニルアルコール、ビニルアルコール-エチレン共重合体等のビニルアルコール系重合体、ポリアクリロニトリル、アクリロニトリル-アクリル酸メチル共重合体やアクリロニトリル-スチレン共重合体のアクリロニトリル系重合体、あるいはポリ塩化ビニリデン等の有機高分子材料からなる層を用いることができる。これらの材料は、本発明フィルム上にグラビアコーターやリバースコーターを用いて湿式コーティング法により成膜を行いガスバリアー層とする事ができる。ポリビニルアルコール系のバリアー層を用いる場合、吸湿により酸素バリアー特性が急激に低下するため、別

途、水蒸気バリアー層を形成させることが好ましい。

【0038】また、無機系のガスバリアー層としては、二酸化珪素あるいはこれを主成分として含み、一酸化珪素、酸化アルミニウムなどの金属酸化物の1種以上を含む化合物、及び/または、窒化珪素、あるいはこれを主成分として含み、窒化アルミニウムなどの金属窒化物の1種以上を含む化合物を用いることができ、この化合物の具体例としては、例えば SiO_x 、 $SiAlN$ などがあげられる。前記無機系バリアー薄膜、すなわち珪素酸化物を主体とした金属酸化物、及び/または、珪素窒化物を主体とした金属窒化物のうちでも SiO_x 、特に x の値が1.3~1.8、好ましくは1.5となるものが、酸素ガスおよび水蒸気バリアー性の点から好ましい。これら無機系バリアー層は、スパッタや電子ビーム蒸着法のような物理的気相堆積法(PVD)の他、化学的気相堆積法(CVD)によって成膜することもできる。また、ポリシラザンなどの有機金属化合物層を本発明フィルム上に形成させた後熱分解することにより形成させることもできる。

【0039】これらバリアー層は、単独で用いても良く、また、複数以上を併用しても構わない。特に、有機系バリアー層と無機系バリアー層を併用した場合、バリアー層のクラックピンホールに対する有機系バリアー層の優れた耐性と、特に水蒸気に対する無機バリアー層の優れた耐性が相乗効果を成すため、特に好ましい組み合わせである。なかでも、ポリビニルアルコール系のバリアー層と、電子ビーム蒸着法により成膜したシリカまたはアルミナのバリアー層との組み合わせが特性上最も好ましい。この時、各層の密着性を向上する目的でそれぞれの層の間に、アンカーコート層を設けることができる。アンカーコート層として、ポリジメチルシロキサン等のシロキサン系硬化物や、ウレタン系・エポキシ系の硬化物層が好適に用いられる。これら硬化物層を形成させる方法は特に限定されず、熱硬化法や紫外線硬化法・電子ビーム硬化法を用いることができる。有機バリアー層上に硬化物層上を形成させ更に無機系バリアー層を形成することが、有機バリアー層を外界から保護するという意味で好ましい。そのため、硬化物上に無機バリアーが形成されるが、無機バリアー層は、成膜中に該層を形成させる基材からの低分子量物が揮発すると形成される膜質が好ましくない変化を受け、所望する特性が得られない場合がある。硬化物を硬化させる方法として、電子ビーム硬化法は、高温に加熱することなく未硬化物を少なくすることができるという特徴を有しており、好ましい硬化方法である。

【0040】また、透明電極層は、各種加工の最上層に設けられ、インジウム酸化物を主体とする金属酸化物が好ましい。該層は、目的により、本発明フィルムに直接形成されることもあれば、前記バリアー層上に形成されることもあり、また、バリアー層上に密着性改善のため

の中間層を設けその上に形成されることもある。該透明導電層は、液晶表示装置の電極として用いる場合、厚さ20～400nm程度、好ましくは50～200nm程度、さらに好ましくは80～150nm、光線透過率80%以上、好ましくは85%以上、シート抵抗100Ω/□以下、好ましくは50Ω/□以下の透明導電性薄膜である。前記透明導電性薄膜の厚さが60～150nm程度の範囲内の場合には、シート抵抗および光線透過率の双方を目的の範囲にしやすい。また、前記透明導電性薄膜の光線透過率が85%程度以上の場合には、透明導電性フィルムの透明性も良好に示る。前記インジウム酸化物を主体とする金属酸化物とは、酸化インジウムまたはこれを主成分、具体的には80%（重量%、以下同様）以上、さらには90～95%含み、酸化スズ、酸化カドミウムなどの他の金属酸化物の1種以上を20%以下、さらには5～10%含む化合物であり、この化合物の具体例としては、例えばITO、CdIn₂O₄などがあげられる。前記インジウム酸化物を主体とした金属酸化物のうちでもITO、とくに金属換算でスズが10%以下、好ましくは5～10%のものが、高い透明性を維持しつつシート抵抗を下げる点から好ましい。

【0041】これら透明電極層は、無機系ガスバリアーと同じく、PVDやCVDの他、有機金属の熱分解法によっても形成させることができる。

【0042】また、上記、ガスバリアー層や透明導電層に加えて、液晶表示装置のカラー化を目的として、色素などを用いたカラーフィルター層を設けることもできる。

【0043】このようにして得られた透明導電フィルムを液晶表示装置用の電極基板として用い、公知の方法により、液晶表示装置を組み立てることができる。

【0044】更に、本発明フィルムは抵抗膜式タッチパネル用基板としても、好適に用いることが出来る。特開平3-121523や、月刊ディスプレイ1999年1月号67頁（（株）テクノタイムズ社刊）にみられるような、インナータイプ型のタッチパネルには、光学的特性の制御されたフィルムが必要とされ、ビスフェノールAタイプのポリカーボネートを用いることが試みられている。この様なタッチパネルの場合、偏光板とタッチパネル用基板が貼合されて用いられるが、偏光板の収縮による応力で基板の光学的特性が変化し、表示像に好ましくない影響を与えるが、本発明光学フィルムを用いることにより、光学的特性の安定したタッチパネル用基板を得ることが出来る。また、特開平10-48625号などにみられるように、位相差フィルムとタッチパネルを組み合わせて用いる事が知られている。この様なタッチパネルにおいて、本発明フィルムを用い、特に、位相差フィルムをタッチパネル用基板として用いることも有用である。

【0045】タッチパネル用基板用途においても、本発

明フィルムは液晶表示装置用基板と同様に透明導電層を表面に形成する。タッチパネル用基板は、必要により、液晶表示装置用と同様の水蒸気バリアー層を形成することも、タッチパネル内での好ましくない結露を防止するためには有効である。透明導電層のシート抵抗値は、200～2000Ω/□、より好ましくは、300～1000Ω/□である。対向する表面との接触による好ましくない光干渉模様（ニュートンリング）を防止する目的で、透明導電層を形成させる表面は、フィラーを含有するコーティング処理や磨耗処理により予め粗面化しておくことも可能である。タッチパネル用基板の光線透過率を向上するため、透明導電層での光反射を防止する目的で、透明導電層の下に屈折率の異なる層を多層設けて反射率を低減することもできる。酸化インジウムを主体とした透明導電層の下層に、シリコンの酸化物を主体とした低屈折率の層を形成させ、更に、その下層に、チタンやジルコニウムの酸化物を主体とした高屈折率層を設けた、三層からなる薄膜は、好ましい組み合わせである。

【0046】

【実施例】以下、本発明を実施例にて具体的に説明するが、本発明はこの実施例に限定されるものではない。

【0047】フィルムの各物性値は以下のようにして測定した。

①厚み：フィルムから10mm×150mmのサイズでMD、TD方向それぞれ5枚の試験片を切り出した。温度20℃±2℃、湿度60%±5%において、各試験片の5ヶ所をミットヨ製デジマティックインジケータを用いて測定し、その平均値をフィルムの厚みとした。

②引張弾性率：MD方向サンプル（幅15mm×チャック間100mm）を使用し、引張速度20mm/minで測定した。n=5のうち上端あるいは下端で破断したものを除外し平均値を算出した。

③位相差：フィルムから50mm×150mmのサイズでMDの試験片を切り出した。温度20℃±2℃、湿度60%±5%において、王子計測製KOBRA 21-SDHを用いて、各試験片について無加重における位相差値R(0)を測定した。

④光弾性係数：③における各試験片について、温度20℃±2℃、湿度60%±5%において、王子計測製KOBRA 21-SDHを用いて、各試験片について0.5Kgの加重を架けて位相差値R(w)を測定した。次式より光弾性係数を算出した。

$$\text{光弾性係数 (cm}^2/\text{dyne)} = \{R(w) - R(0)\} \times 10^{-7} \times (50 \times 10^{-1}) / (0.5 \times 9.8 \times 10^5)$$

⑤ガラス転移温度：フィルムから試験片を約4mgに切り出し、島津製DSCを用いて、200℃まで20℃/minの昇温速度で測定した。DSCプロファイルの変化点からガラス転移温度を求めた。

⑥全光線透過率とヘイズ：フィルムから50mm×50mmのサイズで試験片を切り出し、日本電色工業製濁度計N

DH-300Aを用いて、温度 $20^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $60\%\pm 5\%$ において3ヶ所を測定し、その平均値を算出した。

【0048】比較例1

ビスフェノールAタイプのポリカーボネート樹脂を用いて塩化メチレン溶液(16重量%)を調製し、溶液流延法によりフィルムを作製した。フィルムの物性値を表1に示す。

【0049】実施例1

層間化合物としてポリオキシプロピレン(25)メチルジエチルアンモニウムイオンをゲストとする粘土鉱物(ヘクトライト)2部を塩化メチレンに攪拌しながら1時間分散させた。この分散溶液にビスフェノールAタイプのポリカーボネート樹脂100部を徐々に追加して溶解し組成物溶液(16重量%)を調製した。これをバーコーターを用いてガラス基板上にキャストした。室温で10分乾燥後、フィルムを基板から引き剥がし、オープンにて 80°C で10分、 120°C で10分乾燥してフィルムを得た。比較例1に比べ、弾性率が増加し、光弾性係数が低下していることが確認された。得られたフィルムの物性値を表1に示す。

【0050】実施例2

表1. フィルムの物性値

実施例番号	樹脂種類(重量比)	厚み(μm)	引張弾性率(N/mm^2)	ヘイズ	全光線透過率(%)	Tg($^{\circ}\text{C}$)	光弾性係数($\times 10^{-11}\text{cm}^3/\text{dyne}$)
比較例1	PC	39	1683	0.3	91.1	159	70
実施例1	PC/SPN(100/2)	47	1822	1.6	90.4	155	64
実施例2	PC/SPN(100/5)	48	1722	6.2	89.5	150	68
実施例3	PC/SAN(100/5)	42	1869	7.9	91.1	142	55
実施例4	PC/SBN(100/5)	46	2155	1.7	91.1	145	42

PC : ビスフェノールAタイプのポリカーボネート樹脂

SPN : ポリオキシプロピレン(25)メチルジエチルアンモニウムイオンをゲストとする粘土鉱物(ヘクトライト)

SAN : ジ硬化牛脂アルキルジメチルアンモニウムイオンをゲストとする粘土鉱物(ヘクトライト)

SBN : テトラデシルベンジルジメチルアンモニウムイオンをゲストとする粘土鉱物(ヘクトライト)

実施例5

実施例4の樹脂組成物を用いて連続的な溶剤キャスト法により位相差 9nm 、遅相軸のバラツキが $\pm 5^{\circ}$ 以下のロールフィルムを作成した。更に、フィルム上にアクリル系UV硬化型ハードコートにコーティングしたのち、 $200\times 660\text{mm}$ のターゲットを3台備えたマグネトロンスパッタ装置を用いて、始めにフィルムの片面にガスバリアー層を成膜し、更に、フィルムの他方の面にガスバリアー膜、透明導電膜を順次形成した。バリアー膜用ターゲットとして SiO_2 、透明導電薄膜用ターゲットとして酸化スズ比10%のITO、スパッタガスとしてバリアー薄膜はアルゴン流量 100sccm 、酸素 1sccm で総ガス圧 2.0mTorr 、ITOで

層間化合物としてポリオキシプロピレン(25)メチルジエチルアンモニウムイオンをゲストとする粘土鉱物(ヘクトライト)5部を用いて実施例1と同様にフィルムを作製した。得られたフィルムの光弾性係数が、比較例1に比べ、低下していることが確認された。得られたフィルムの物性値を表1に示す。

【0051】実施例3

層間化合物としてジ硬化牛脂アルキルジメチルアンモニウムイオンをゲストとする粘土鉱物(ヘクトライト)5部を用いて実施例1と同様にフィルムを作製した。得られたフィルムの光弾性係数が、比較例1に比べ、低下していることが確認された。得られたフィルムの物性値を表1に示す。

【0052】実施例4

層間化合物としてテトラデシルベンジルジメチルアンモニウムイオンをゲストとする粘土鉱物(ヘクトライト)5部を用いて実施例1と同様にフィルムを作製した。得られたフィルムの光弾性係数が、比較例1に比べ、低下していることが確認された。得られたフィルムの物性値を表1に示す。

【0053】

【表1】

はアルゴン 350sccm 、酸素 3.5sccm 、総ガス圧 5mTorr 、パワー条件としてバリアー薄膜はRF 3kW ($2.27\text{W}/\text{cm}^2$)、ITOはDC 5.0A 250V ($0.96\text{W}/\text{cm}^2$)となるようにして成膜を行った。バリアー薄膜は3分処理し、 45nm 、ITOは3分処理し、 100nm となる透明導電フィルムを得た。得られたフィルムは、シート抵抗 $50\Omega/\square$ 、光線透過率80%、酸素ガスバリアー性 $0.5\text{cc}/\text{m}^2/\text{day}$ 、水蒸気バリアー性 $0.1\text{g}/\text{m}^2/\text{day}$ 、である透明導電フィルムが得られた。更に、この透明導電フィルムを用いて、透明電極層を対向させるように配置し、公知の方法にて液晶表示装置を組み立てた。

【0054】実施例6

実施例4で得られた未延伸フィルムを用いて、フィルム上にアクリル系UV硬化型ハードコートをコーティングしたのち、DCマグネトロンスパッター法により、ITOの成膜を行った。ITOの膜厚は約20nm、シート抵抗は $450 \pm 10 \Omega/\square$ であった。この透明導電膜付き位相差板に電極として端部に銀電極を印刷し、別に用意した5mmピッチのスペーサーと、銀電極を印刷した透明導電ガラスを導電膜が向かい合うように両基板の周囲に絶縁性接着材を塗布して接着し透明タッチパネルを作成した。バックライト付のTFTカラーTN液晶表示装置のバックライトと反対側（観察側）の偏光板と液晶セルのあいだに、タッチパネルを配置し、ペンによる押

圧が液晶セルに伝搬しないようタッチパネルと液晶表示装置のあいだは0.5mm程度空隙が開くように周囲にギャップ剤入りの粘着剤を塗布し接着し、透明タッチパネル付液晶表示装置を作製した。

【0055】

【発明の効果】本発明により、応力により位相差の変化が少なく、かつ、適度な配向性と耐熱性を有する光学フィルムを得ることが出来る。該光学フィルムを用いることにより、応力に対して表示特性が低下しにくい、位相差フィルム、透明導電フィルム、液晶表示装置やタッチパネルを得ることができる。